# REC' PCT/PTC 10 JAN 2005

(12)特許協力条約に基づいて公開された国際出願

## (19) 世界知的所有権機関 国際事務局



# - 1 (5 NO. 15 NO.

(43) 国際公開日 2004 年1 月22 日 (22.01.2004)

**PCT** 

## (10) 国際公開番号 WO 2004/007103 A1

(51) 国際特許分類7:

B08B 1/00,

A47L 13/16, D04H 3/00, 3/10

(21) 国際出願番号:

PCT/JP2003/002063

(22) 国際出願日:

2003年2月25日(25.02.2003)

(25) 国際出願の言語:

日本語

(26) 国際公開の言語:

日本語

(30) 優先権データ:

特願2002-203131 2002 年7 月11 日 (11.07.2002) JP

(71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 旭化成株式会社 (ASAHI KASEI KABUSHIKI KAISHA) [JP/JP]; 〒530-8205 大阪府 大阪市北区堂島浜 1 丁目 2番6号 Osaka (JP).

(72) 発明者; および

(75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 小室 雄一 (KOMURO,Yuichi) [JP/JP]; 〒665-0002 兵庫県 宝 塚市 月見山 2 丁目 4-2 4 Hyogo (JP). 弓削 修治 (YUGE,Shuji) [JP/JP]; 〒882-0802 宮崎県 延岡市 野地 町 4 丁目 3 8 6 5 - 1 2 Miyazaki (JP). (74) 代理人: 石田 敬 , 外(ISHIDA,Takashi et al.); 〒105-8423 東京都港区虎ノ門 三丁目 5番 1 号虎ノ門 3 7森 ビル 青和特許法律事務所 Tokyo (JP).

- (81) 指定国 (国内): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NO, NZ, OM, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.
- (84) 指定国 (広域): ARIPO 特許 (GH, GM, KE, LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア特許 (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), ヨーロッパ特許 (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE, SI, SK, TR), OAPI 特許 (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

#### 添付公開書類:

— 国際調査報告書

2文字コード及び他の略語については、定期発行される各PCTガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語のガイダンスノート」を参照。

(54) Title: WIPER AND METHOD OF MANUFACTURING THE WIPER

(54) 発明の名称: ワイパー及びその製造方法

(57) Abstract: A wiper, comprising a flat nonwoven cloth having fibers entangled and formed integrally with each other by high-pressure jet stream, wherein the amount of fallen micro foreign matter of  $100 \mu$  m or longer in length is 20,000 pieces or less per square meter, the amount of acetone eluate is 340 mg/kg or less, and the amount of water absorption is 8 ml/g or more.

○ (57) 要約: 高圧ジェット水流により繊維が交絡処理されて一体化された平版状の不織布で構成されており、長さ 100μm以上の微小異物の脱落量が1平方メートル当たり20,000個以下、アセトン溶出物量が340mg / kg以下、かつ、吸水量が8ml/g以上であるワイパー。



## 明細書

ワイパー及びその製造方法

## 技術分野

本発明は、例えばエレクトロニクス製品製造産業や医薬品製造産業のクリーンルームなど、高い清浄性を求められる場所で好適に使用される工業用ワイパーとして有用な、ワイパー及びその製造方法に関する。

## 背景技術

不織布素材を用いたワイパーは、安価な使い捨てワイパーとして家庭用分野、医療用分野及び工業用分野で多量に使用されており、それぞれの分野毎に要求される機能は異なっている。例えば家庭用分野において、フキンや雑巾に代替されるものでは強度やボリューム感が重視されている。また、家庭での床掃除用ワイパーなどではゴミの吸着性能が重要なポイントとなる。また医療用分野では、綿ガーゼに代替する物として、人体に有害な重金属や蛍光性化合物の含有が少ないことなどが強く求められている。

一方、工業用分野においては、多種多用の用途において使い捨て不織布ワイパーが使用されているが、中でも、エレクトロニクス製品製造産業や医薬品製造産業における工業用分野のクリーンルーム内では、室内を高度に清潔に維持する目的で、不織布素材の使い捨てワイパーを用いて天井・壁・床・装置・冶具などを手作業で拭き上げる。また、製造中の部品などに付着した汚れや、不要な液体の拭き取りにも不織布素材の使い捨てワイパーは多用されている。また、これら不織布ワイパーは、乾燥した状態で提供される場合が一

般的であるが、さらに、使用する側の利便性を向上させる目的で予め液体で湿潤させた状態で提供される場合もある。また、特に医薬バイオ産業向けの特殊ワイパーとして、例えば、EOG滅菌、加熱蒸気滅菌、γ線滅菌、電子線滅菌等の滅菌処理を施して付加価値を向上させたワイパーもある。

このような工業用分野のクリーンルームで使用されるために、高いクリーン度を要求される不織布ワイパーの形態としては、拭き取り表面積の有効利用の観点から、折り畳んだ形態よりも平版状の形態が好ましい。つまり、使い捨て使用であるから、ワイパー表面が汚れると廃棄されるが、折り畳んだ形態では内側表面は未使用のまま廃棄されることになり、経済性の点で問題である。現在では、乾燥状態のもの、湿潤状態のもの等、各種の平版状不織布ワイパーが商品として既に市場に出廻っており、これらは、クリーンルーム内での作業のみならず、対象物を奇麗にするというニーズのある多くの分野でも使用されている。

以上のように、工業用分野のクリーンルーム内では平版状の不織 布ワイパーが使用されてはいるものの、しかしながら、近年の市場 が要求する性能は極めて高度かつ多様であり、全ての性能を具備し た優れた工業用ワイパーの出現が待ち望まれていた。

すなわち、工業用ワイパーとして市場が要求する高度な性能の第 1は、微小異物(ゴミ)の脱落、発生が少ないことである。ゴミに も種々の大きさがあるが、特に大きな問題となるのは、長さ100 μm以上のサイズの微小異物(ゴミ)であり、大半はワイパー素材 から脱落して発生する繊維状異物(繊維屑)である。クリーンルー ム内での使用はもとより、塗装作業前における塗装面の清掃などに おいても、この様な繊維状異物(繊維屑)の付着は大きな問題であ る。

従来の平版状不織布ワイパーの性能を表1に示す。A、B、C、D、Eは木材パルプ及びポリエステルからなる代表的な市販の不織布ワイパーで、最も一般的に市場で使用されている。F、Gは樹脂バインダー処理を施された木材パルプ及びポリエステルからなる不織布ワイパーであり、Hはレーヨン及びポリエステルからなる不織布ワイパーである。以上のような平版状の不織布ワイパーは、全て、繊維シートウェブを、高圧ジェット水流(いわゆる柱状流)で処理して、繊維の交絡を形成させて一体化させた不織布で構成されている。Iはメルトブローン不織布ワイパーである。

工業用分野のクリーンルームで使用される平版状不織布ワイパーとして、ケミカルボンド不織布やサーマルボンド不織布は、不純物や風合いの点で素材としては不適格であるため、ほとんど使用されない。

表1における測定値は、本発明者らの測定によるものであるが、 驚くべきことに、市販の平版状不織布ワイパーから発生する100 μm以上の長さの微小異物(ゴミ)の脱落量が、最も少ないもの( H)でも22,500個/m²であり、通常、汎用品として用いられているワイパー(A~Eなど)では100,000個/m²以上もあるのである。したがって従来のワイパーはいずれも、微小異物の脱落量の点では、到底満足出来るものではなかった。このような多量の微小異物(ゴミ)の発生は、種々の問題を誘発する原因となるので、極力減少させることが要求されている。

工業用ワイパーとして、市場が要求する第2の性能とは、溶剤への溶出物量が少ないことである。不織布ワイパーを用いて、クリーンルーム内で作業者が清掃作業を行う時には、多くの場合は有機溶剤でワイパーを濡らしてから拭き上げ作業を行う。その原理は、家庭で雑巾掛け時に雑巾を水に湿らせて拭くのと同様であり、クリー

ンルーム内では水の代わりに有機溶剤を使用する。水では拭き取れないチャンバー内の頑固な樹脂汚れや油膜汚れは、例えば、溶解力の高いアセトンで拭くと奇麗に清掃出来るが、都合の悪いことに、従来の不織布ワイパーからはアセトン中へ溶け出して来る溶出物が多いという問題がある。これは、ワイパーに残留する繊維油剤や、親水処理加工剤、バインダー剤、ポリエステル繊維素材中の低重合物(主にトリエチレングリコール)などが原因物質である。

前記の繊維状の微小異物の脱落を抑制するために、ワイパーに接着性樹脂を塗布すると、アセトン中への溶出物量は更に増大してしまう。従って、溶解力が多少弱くても、溶出物による弊害を起こしにくいアルコール(主にIPA:イソプロピルアルコール)を清掃時の溶剤として使用せざるを得ないが、これでは肝心の清掃効果に限界が生じる。従って、アセトン溶出物量の少ない不織布ワイパーの出現が待ち望まれている。表1から判るようにアセトン溶出物量においては、A、B、F、G、Iは満足出来るワイパーではなかった。

市場が要求する第3の性能とは、吸水量が多いことである。クリーンルーム内では硫酸や硝酸をはじめとする多種多様の水性薬液が使用されているが、溢れたり漏れたりこぼしたりしたこれら薬液を、不織布ワイパーによって拭き取る作業が必ず発生するので、不織布ワイパーの吸水量は多いことが好ましい。合成繊維は本質的に吸水量が少ないので、素材に合繊繊維を使う場合は、親水剤(界面活性剤)の塗布処理や親水加工処理が施されるが、これらの処理をすると、前記のアセトン溶出物量の増大を招く。

従来、不織布ワイパーの構成素材にセルロース成分を混入させて 吸水量を向上させようとする試みもあるが、セルロース成分として パルプ繊維を使用した場合は、前記の繊維状の微小異物の発生が増

大する。表1から判るように、従来の平版状不織布ワイパーの吸水量は4~6ml/gであり、多いものでも8ml/g未満であった

以上のように、これ迄、繊維状の微小異物の脱落量、アセトンへの溶出物量、吸水量の全ての性能を満足する平版状不織布ワイパーは存在しなかった。したがって、従来品を、消費者は常に上記のようなリスクを覚悟して使用しているのが現状であり、使い捨て資材として大量に使用することができ、安価な平版状不織布ワイパーが求められている。

#### 発明の開示

本発明の目的は、微小異物(ゴミ)の脱落やアセトン溶出物量が 少なく、吸水量の多い、従来にない総合的に優れた性能を有する平 版状不織布ワイパー、及びその製造方法を提供することにある。

本発明者らは、上記課題を解決するために鋭意検討の結果、本発明をなすに至った。

即ち、本発明は下記の通りである。

- 1. 高圧ジェット水流により繊維が交絡処理されて一体化された 平版状の不織布で構成されており、長さ100μm以上の微小異物 の脱落量が1平方メートル当たり20,000個以下、アセトン溶 出物量が340mg/kg以下、かつ、吸水量が8ml/g以上で あるワイパー。
- 2. 長さ100μm以上の微小異物の脱落量が1平方メートル当たり14,000個以下、アセトン溶出物量が190mg/kg以下、かつ、吸水量が9ml/g以上である上記1記載のワイパー。
- 3. 前記不織布において、連続セルロース長繊維を40wt%以上含有し、該連続セルロース長繊維がキュプラアンモニウムレーヨ

ン繊維である上記1又は2記載のワイパー。

4. 連続セルロース長繊維の含有量が85 w t %以上である上記3記載のワイパー。

5.キュプラアンモニウムセルロース溶液を用いて連続的に凝固・再生・洗浄・交絡処理・乾燥・巻き取りを行う湿式セルローススパンボンド法による連続セルロース長繊維不織布製造工程、必要に応じて該不織布と他の不織布を複合させる工程、及び平版状に断裁する工程、更には必要に応じて液体で湿潤させる工程及び/又は滅菌処理を施す工程を含むワイパーの製造方法であって、該交絡処理が、交絡前のウェブ上に開孔率10~47%の緩衝板を被せ、該緩衝板上から全衝撃エネルギー値(F)が0.5×10°~3.0×10°[ジュール・ニュートン/キログラム]のジェット水流により繊維を交絡させる処理であるワイパーの製造方法。

以下、本発明につき詳述する。

本発明で言うワイパーとは、素材である不織布を平版状に断裁して得られ、シート形態で供給されるワイパーを指す。シートの形態は、平版状であれば特に限定されるものではなく、正方形、長方形、円形、多角形を含むあらゆる形状を包含する。

本発明のワイパーは、通常、平版状のまま作業者の手でワシ掴みにして使用されるので、使用に耐え得る強度が要求され、かつ平版状の形態が容易に崩れたり剥離しないことが要求される。

本発明のワイパーは、高圧ジェット水流で繊維同士を絡めて一体化された不織布で構成される。このような不織布であると、ワシ掴みにして使用しても、形態を保持し剥離しない強度が得られ、また、バインダー剤等の添加物が不要であるから、アセトン溶出物量が少ないという利点がある。更には、セルロース長繊維を比較的多量に用いても、高圧ジェット水流で絡めることにより脱落しにくいた

め、吸水量の高いワイパーが得られる。

本発明のワイパーは、高圧ジェット水流により繊維が交絡処理されて一体化された不織布からなるものであるが、本発明の効果を損なわない範囲で、他の繊維交絡手段をも併用した不織布で構成されることを排除するものではない。

高圧ジェット水流以外の手段のみで繊維同士を絡めた不織布であると、種々の問題が発生することを本発明者らは見出している。例えば、高圧エンボス処理にて繊維同士を圧着した場合は、摩擦や再湿潤により繊維の剥離が発生する。また、樹脂バインダーで繊維同士を接着した場合は、アセトンにより樹脂が溶出してくるという問題が発生する。予め混入させておいた熱融着性繊維を加熱処理により溶融せしめて繊維同士を接着した場合は、微小異物の脱落量を減少させるためには多量の熱融着性繊維を混入させねばならず、そのため堅い風合いとなり、ワイパーとして不適切となる。

本発明のワイパーは、メルトブローン法による不織布からは製造不可能である。何故なら、メルトブローン法で利用出来る素材は熱溶融性の合成繊維ポリマーに限られ、熱溶融性の合成繊維100%からなるワイパーは、アセトン溶出物量が極めて多量に検出されるので、本発明のワイパーとして不適切である。

本発明のワイパーは、乾燥状態のもの、更には用途に応じて必要な液体により湿潤された状態のものを包含する。また、本発明のワイパーは、更には滅菌処理を施されたものをも包含する。

本発明のワイパーは、長さ $100\mu$ m以上の微小異物の脱落量が1平方メートル当たり20,000個以下であり、好ましくは14,000個以下である。微小異物の脱落量は少ないほど好ましく、ゼロであることが最も好ましい。長さ $100\mu$ m以上の微小異物の脱落量が1平方メートル当たり20,000個以下であると、クリ

ーンルーム内での使用はもとより、塗装作業前における塗装面の清 掃などにおいても満足する性能が得られる。

本発明のワイパーは、アセトン溶出物量が340mg/kg以下であり、好ましくは190mg/kg以下である。アセトン溶出物量は少ないほど好ましく、ゼロであることが最も好ましい。アセトン溶出物量が340mg/kg以下であると、溶解力の高いアセトンを使用することが出来るので、水やアルコールでは拭き取れないチャンバー内の頑固な樹脂汚れや油膜汚れも奇麗に清掃出来る。

本発明のワイパーは、吸水量が8ml/g以上であり、好ましくは9ml/g以上である。吸水量が8ml/g以上であると、硫酸や硝酸をはじめとする多種多様の水性薬液を、十分に拭き取ることができる。吸水量の上限は、ワイパーとして使用可能であれば、特に限定されない。但し、吸水量が20ml/gを越えると水性ゲル状となってワイパーとしての形状を保持することが困難となるので、吸水量が20ml/gを越えることはない。

本発明のワイパーは、連続セルロース長繊維を40w t %以上、 好ましくは85w t %以上含有し、該連続セルロース長繊維がキュ プラアンモニウムレーヨン繊維であることが好ましい。連続セルロ ース長繊維が40w t %以上であると、吸水量が8m1/g以上と なり、連続セルロース長繊維が85w t %以上であると、吸水量が 9m1/g以上となる。連続セルロース長繊維の含有量は多いほど 好ましく、100w t %であってもよい。

本発明のワイパーを製造する方法としては、例えば、特定の条件のジェット水流により交絡させた連続セルロース長繊維不織布を平版状に断裁して得る方法が挙げられる。

不織布を製造する工程での繊維交絡方法として用いる高圧ジェット水流技術は、ハイドロエンタングル法としてスパンレース不織布

の製造で用いられている。また、銅アンモニウムセルロース原液を 用いた湿式セルローススパンボンド法不織布の製造においても、交 絡技術として高圧ジェット水流が用いられる。

不織布ウェブに付与されるジェット水流の全衝撃エネルギー値(F)は、水流の衝撃力(I)と水流エネルギー(E)の積(I×E)で係数化され、SI単位では [J・N/kg]で表される。ここで I=2 P A'、P は水流圧力 [パスカル]、A'=0.6 Aであり、Aはノズルの総断面積 [m²]である。また E=P Q / w z v で、Q は総ジェット水流量  $[m^3/sec]$ 、wは目付け  $[kg/m^2]$ 、z は不織布ウェブ幅 [m]、v は不織布ウェブの走行速度 [m/sec]である。

本発明の製造方法においては、全衝撃エネルギー値(F)が0・ $5 \times 10$   $^{9}$   $\sim 3$   $.0 \times 10$   $^{9}$  [ジュール・ニュートン/キログラム] で行われる。

通常の高圧ジェット水流技術では、F値は100×10°以上の条件が必要であり、場合によっては1800×10°以上の全衝撃エネルギー値で交絡処理が施されるが、このように過度に交絡を施した不織布ウェブから製造されたワイパーは多量の繊維状の微小異物が脱落することが判明した。つまり通常の条件で交絡させると、繊維は複雑に屈曲してウェブ内部で絡み合い、多くの微小なループが内在し、ワイパーへ加工する時の断裁工程でループが切れて繊維状の微小異物の発生源となるということを本発明者らは見出し、この知見に基づいて本発明をなすに至ったのである。

前記の通り、平版状不織布ワイパーは、平版状のままワシ掴みにして使用されることから、ドライ破断強力が1.5kgf/5cm幅以上であることが好ましい。交絡処理での全衝撃エネルギー値が低すぎると、平版状不織布ワイパーとしての強力が不十分となる。

したがって、このような不織布は、折り畳んだ形態のワイパーとして使用せざるをえない。

上記のような問題に鑑み、本発明の製造方法は、従来では考えられなかったほどの少量の全衝撃エネルギーを付与するだけで、平版 状不織布ワイパーとして必要なドライ破断強力を達成し、しかも不 織布中の微小ループの数を減らすことができるという画期的な技術 である。

即ち、本発明の製造方法においては、交絡処理を行うに際し、ネット上に支持された不織布ウェブの上に開孔率10~47%の緩衝板を被せ、該緩衝板の上方からジェット水流を施すことにより交絡させるという技術を用いる。つまり、緩衝板を被せることにより、不織布ウェブ全面に連続的に衝撃エネルギーを加えるのを避け、不織布ウェブの必要な部分にスポット的にかつ断続的に必要なエネルギーを加えて交絡作用を施すことによって、繊維ループの数を極力減らし、繊維状の微小異物の脱落量を大幅に減少させることができ、かつ同時に、平版状不織布ワイパーとして必要なドライ破断強力を達成することを可能としたのである。また緩衝板を用いることによって、不織布ウェブを支えるネットの目への繊維の食い込みが防止されるという効果があり、ネットから不織布ウェブを引き剥がす時に発生する単糸の破断が無くなり、繊維状の微小異物の発生を更に抑制出来るという効果も奏される。

本発明において、緩衝板の開孔率が10%未満であると、多量のジェット水流が緩衝板上方へ飛散して安定な運転が困難となり、かつ不織布ウェブは全面にわたって交絡不足となって、不織布としての安定した形態を維持出来なくなる。また緩衝板の開孔率が47%を越えると、緩衝効果が薄れて繊維ループがウェブ全面に形成されてしまう。緩衝板の開孔度の更に好ましい範囲は20~40%であ

る。

緩衝板は固定されていても構わないが、例えば、不織布ウェブの移動方向と正方向または逆方向に移動するものであっても差し支えない。また、緩衝板の位置は、ジェット水流ノズルと不織布ウェブの間に位置していれば良く、特に限定されないが、好ましくは、不織布ウェブと緩衝板の距離は5~25mmである。緩衝板として利用出来る代表的なものは、金属製やプラスチック製の平織りネットであるが、貫通孔部と遮蔽部が混在するシート状物であれば、例えば多孔板のようなものでも差し支えなく、その構造は、特に限定されない。貫通孔部の大きさは、1つが3平方ミリメートル以下とするのが好ましい。

上述のように、本発明は、交絡処理におけるジェット水流の全衝撃エネルギー(F)値と緩衝板を巧みに組み合わせる事によって、優れた効果を奏するのである。このようなジェット水流処理で処理された不織布は、そのままで、或いは他の不織布と複合された後、平版状に断裁されて本発明の平版状不織布ワイパーが得られる。

本発明において、吸水量が8m1/g以上の平版状不織布ワイパーを得るためには、レーヨン、綿、麻、パルプ、ポリビニルアルコール、ポリアクリルニトリルなどの吸水性の繊維を含む構成の不織布とするのが好ましい。

非吸水性繊維(ポリエステル繊維、ポリアミド繊維、ポリエチレン繊維、ポリプロピレン繊維等)100%の不織布の吸水量は3m1/g以下である。吸水量を向上させるために親水性油剤の付与された不織布ワイパーも存在するが、その吸水量は高々4.9m1/gに留まり、その一方で、アセトン溶出物量は10,000mg/kgにも達する。また親水加工処理を施したポリエステル繊維100%のワイパーでも、アセトン溶出物量は1,545mg/kgに

上昇する。したがって、アセトン溶出物量を増やすことなく高い吸水量を得る為には、セルロース繊維を混入させることが好ましく、 例えば、レーヨン繊維(ビスコースレーヨン繊維、キュプラアンモニウムレーヨン繊維等)を用いることが好ましい。

本発明では、交絡処理におけるジェット水流の全衝撃エネルギーは軽微なので、従来品に比べて、ウェブは嵩高性が保たれており、例えば、レーヨン繊維の混入量は40w t %以上で吸水量8m1/gのワイパーが得られ、レーヨン繊維の混入量を85w t %以上とすると吸水量9m1/g以上が得られる。一方、従来法によれば、例えば、全衝撃エネルギー(F)値が1180×10°のジェット水流で交絡させると、レーヨン繊維の混入量が60w t %でも吸水量は6.4m1/gであり、本発明のような高い吸水量は得られない。

使用するセルロース繊維としては、繊維状の微小異物の脱落を極力減少させるという観点から、連続レーヨン長繊維を用いることが好ましく、例えば、キュプラアンモニウム長繊維が好ましい。吸水性の繊維成分として綿繊維を用いても吸水性は向上出来るが、綿繊維単独の不織布であると、天然の綿繊維中に残存する油脂分がアセトンで溶出するという問題があるので好ましいものとは言えない。現実に市販されている綿100wt%の不織布ワイパーのアセトン溶出量は1,700mg/kg程度である。従って綿繊維を配合する場合は、アセトン溶出物量が増大しない程度に配合量を抑える必要がある。吸水性の繊維成分としてパルプ繊維も用いられるが、繊維長が短いためパルプ繊維同士の交絡が不充分となり、繊維状の微小異物の脱落量が増大する傾向がある。

発明を実施するための最良の形態

以下に、実施例を挙げて本発明をさらに説明するが、本発明は実 施例により何ら限定されるものではない。

なお、測定法等は下記の通りである。

## (1) 微小異物の脱落量

以下の手順に従った。サンプル(ワイパー)を1リットルビーカー中の300mlの清浄水へ投入し、超音波を15分照射してゴミをサンプルから水中へ脱落させた。サンプルを取り出した後、直径4.7cmの黒色のセルロースエステルメンブラン濾紙(アドバンテック社製、ポアサイズ0.8μm、格子付き)で吸引濾過し、濾紙表面に捕捉された長さ100μm以上の脱落ゴミの数を、カラーイメージングコンピューター(使用ソフト:株式会社インタークエスト社製造、静止画用汎用画像処理解析ソフト Image Hyper-L、2値価処理設定シキイ値110)で画像処理して計測し、サンプル1m²当たりの個数に換算して表記した。

#### (2)アセトン溶出物量

40gのサンプルを、640m1のアセトン中に20℃で15時間静置浸漬して、溶出物をアセトン溶液中へ溶出させ、溶出液を1μmカットのメンブランフィルター(アドバンテック社製、47mmφ、PTFEプレーン表面フィルター)で吸引濾過して固形物を除去し、溶出液容量A(m1)を測定した。

溶出液を100ml以下までエバポレーターで濃縮し、その後、オーブンで蒸発乾固した。不揮発性残査の量をB(g)とすると、アセトン溶出物量は次式で算出される。

アセトン溶出物量  $[mg/kg] = (B/A) \times 1.6 \times 1.0^6$  (3) 吸水量

サンプルを、20℃、65%RH(相対湿度)に制御された室内で15時間放置して調湿し、10cm角に切断して秤量しW1(g

)とする。線径 0.5mm、10 メッシュの金網上にサンプルを置き、金網ごと 20  $\mathbb{C}$  の水中へ 30 秒浸漬する。その後、サンプルを金網上で水平に保ったまま空中で 10 分間放置して水切りを行った後、再度秤量し $\mathbb{W}_2$  (g)とする。吸水量は次式で算出される。

吸水量  $[ml/g] = (W_2 - W_1)/W_1$ 

[実施例1及び2、比較例1及び2]

キュプラアンモニウムセルロース溶液から湿式法で連続的に凝固 ・再生して得た連続セルロース長繊維不織布ウェブを、表 2 に示す ように、全衝撃エネルギー値 (F) を各種変えたジェット水流によ って交絡処理を施した。

交絡処理は、不織布ウェブの下を40メッシュの平織りネットで支え、不織布ウェブの上には、緩衝板として開孔率25%の18メッシュ平織りネットを被せ、該緩衝板は不織布ウェブの上方10mmの距離に固定して、その上からジェット水流を適用した。不織布ウェブは、乾燥後に、22.8cm角の正方形に断裁し、平版状不織布ワイパーを作成した。

結果を表2に示す。表2より以下のことが判る。

比較例1のJは、繊維同士の交絡が殆ど見られず、ドライ破断強力が0.3kgf/5cm幅の弱い布帛であり、ワイパーとしては不適切であった。

実施例1のK、実施例2のLは、優れた性能を具備するワイパーであった。

比較例2のMは、微小異物の脱落量において満足出来るワイパーではなかった。

[実施例3~5、比較例3]

表3に示すように、キュプラアンモニウムセルロース溶液から湿式法で連続的に凝固・再生して得た連続セルロース長繊維の不織布

ウェブを、2枚用意し、その中間層に所定の量のレーヨン短繊維またはポリエステル短繊維を、特公平8-2578503号公報に記載の方法により挟み込んで複合不織布ウェブとした。

この複合不織布ウェブを、表 3 に示すように、全衝撃エネルギー値 (F)を各種変えたジェット水流によって交絡処理を施した。交絡処理は、不織布ウェブの下を 7 0 メッシュの平織りネットで支え、不織布ウェブ上には、緩衝板として開孔率 2 5 %の1 8 メッシュの平織りネットを、不織布ウェブの上方 2 0 mmの距離をおいて被せ、該緩衝板は、ウェブ速度の1/10のスピードでウェブと同方向へ移動させつつ、その上からジェット水流を適用した。得られた不織布ウェブは乾燥後、22.8 cm角の正方形に断裁し、平版状不織布ワイパーを得た。

結果を表3に示す。表3より以下のことが判る。

比較例3のNは、微小異物の脱落量と吸水量において、満足出来るワイパーではなかった。

実施例3, 4, 5のP、Q、Rは、優れた性能を具備するワイパーであった。

[実施例6及び7、比較例4及び5]

キュプラアンモニウムセルロース溶液から湿式法で連続的に凝固・再生して得た連続セルロース長繊維の不織布ウェブを、表 4 に示すような各種の緩衝板を用い、全衝撃エネルギー値(F)が 2 . 7 × 1 0 ° [ジュール・ニュートン/キログラム] のジェット水流によって交絡処理を施した。なお緩衝板は、不織布ウェブの上方 2 0 mmの距離に固定した。不織布ウェブは乾燥後に、 2 2 . 8 c m角の正方形に断裁して、平版状不織布ワイパーを作成した。

結果を表4に示す。表4より以下のことが判る。

比較例4のSは、繊維同士の交絡が殆ど見られない強力の弱い布

帛であり、布帛としての形態を保持することが困難でワイパーとしては不適切であった。

実施例6、7のT、U、は、優れた性能を具備するワイパーであった。

比較例5のVは、微小異物の脱落量において満足出来るワイパーではなかった。

表 1

	銘柄名	組成	100 μ以上	アセトン	吸水量
1 1			の微小異物	溶出物量	(m1/g)
			の脱落量	(mg/kg)	}
			(個/m²)		
A	TEXWIPE社	パルプ 55%	142,000	395	5.3
} {	Technicloth	ホ゜リエステル 45%			
В	Lymtech社	パルプ 55%	122,800	355	5.4
1	C 1	ホ。リエステル 45%		<u> </u>	
C	Berkshire社	パルプ 55%	105,700	243	5.4
1 1	DURX 670	ポリエステル 45%			
D	Dupont社	パルプ 55%	140,000	133	4.6
	Micropure AP	ホ゜リエステル 45%			
E	Dupont社	パルプ 44%	125,500	206	5.6
	Micropure 100	ポリエステル 56%		<u> </u>	
F	TEXWIPE社	パルプ 55%	47,200	2073	4.6
-	Technicloth III	ホーリエステル 45%			<u> </u>
G	Berkshire社	パルプ 55%	29,100	2930	5.3
	DURX 770	ホーリエステル 45%		<u> </u>	<u> </u>
H	Dupont社	レーヨン 40%	22,500	217	7.7
1	Micropure 10	ホ。リエステル 60%			
I	Kimbery社	ポリプロピ <i>レ</i> ン	測定不能	9880	4.9
1_	Crew	100%	多数	<u> </u>	

表 2

上較例1     実施例1       は較例1     実施例1       100%     100%       2)     0.05     0.05       g)     0.41×10°     0.503×10°       b     -     1,227       c     -     132       力     -     15       力     0.3     1.5	<b>※</b> 2				
正		Ł	K	L	M
連続セルロース長 繊維 連続セルロース長 繊維 100% 0.05 0.05 0.05 0.05 0.503×10 <sup>9</sup> 0.41×10 <sup>9</sup> 0.503×10 <sup>9</sup> - 1,227 - 132 - 15 0.3 1.5 0.3 1.5		比較例1	実施例1	実施例2	比較例 2
$\begin{array}{cccccccccccccccccccccccccccccccccccc$	組成	連続セルロース長繊維 100%	連続セルロース長繊維 100%	連続セルロース長繊維 1 0 0 %	連続セルロース長繊維 100%
$\begin{array}{cccccccccccccccccccccccccccccccccccc$	目付け (kg/m²)	0.05	0.05	0.05	0.05
0.3	全衝突エネルギー値 (F) (J・N/kg)	$0.41 \times 10^9$	0.503×10°	$2.95 \times 10^9$	87.86×10°
0.3	100μ以上の 微小異物の脱落量 (個/m²)	]	1,227	9,262	24,300
0.3	アセトン溶出物量 (mg/kg)	1	132	87	121
0.3	吸水量 (m1/g)	I	15	11.1	10.5
	ドライ破断強力 ョコ方向 (kgf/5cm幅)	0.3	1.5	2.2	2.9

315,

 $\infty$ 

連続セルロース長繊維 40% ボッリエステル短繊維 60%

0.075

വ

実施例

 $\alpha$ 

I	日	通統 1/10-7, 上3ン短線	目付け (kg/m²) 0.0	全衝突zネルギー値 (F) (J・N/kg)	100μ以上の 微小異物の脱落量 (個/m²)	アセトン溶出物量 (mg/kg)	吸水量 (m1/g)
N	比較例 3	連続セルロース長繊維 73% レーヨン短繊維 27%	0.075	7.0×10³	53,400	120	7.5
Ъ	実施例3	連続セルロース長繊維 73% レーヨン短繊維 27%	0.075	$2.8 \times 10^{9}$	18,390	117	11.5
O	実施例 4	連続セルロース長繊維 73% ポリエステル短繊維 27%	0.075	$2.7 \times 10^9$	14,130	205	& &

 $0.60\times10^{9}$ 

_	<b>†</b>
H	K

女士				
	S	Τ.	U	Λ
	比較例 4	実施例 6	実施例7	比較例 5
組成	連続セルロース長繊維 100%	連続セルロース長繊維 100%	連続セルロース長繊維 1 0 0 %	連続セルロース長繊維 100%
目付け (kg/m²)	0.05	0.05	0.05	0.05
全衝突エネルギー値 (F) (J・N/kg)	2.7×10 <sup>9</sup>	$2.7 \times 10^{9}$	$2.7 \times 10^{9}$	2.7×10 <sup>9</sup>
緩衝板	3 0 メッシュ 2 重綾織	25メッシュ 平織り	8 メッツェ平織の	りな
開孔率 (%)	8	32	46.2	100
100 m以上の 微小異物の脱落量 (個/m²)	1	5,590	8,600	26,900
アセトン溶出物量 (mg/kg)	l	105	120	92
吸水量(m1/g)	1	12.5	11	9.5

## 産業上の利用の可能性

本発明の平版状不織布ワイパーは、微小異物の脱落量やアセトン溶出物量が少なく、吸水量が多いので、工業用ワイパーとして極めて有用であり、クリーンルーム内での使用はもとより、塗装作業前における塗装面の清掃などにおいても満足する性能を有する。また、溶解力の高いアセトンを使用することが出来るので、水では拭き取れないチャンバー内の頑固な樹脂汚れや油膜汚れも奇麗に清掃出来ると共に、硫酸や硝酸をはじめとする多種多様の水性薬液を、十分に拭き取ることができる。

## 請 求 の 範 囲

- 1. 高圧ジェット水流により繊維が交絡処理されて一体化された 平版状の不織布で構成されており、長さ100μm以上の微小異物 の脱落量が1平方メートル当たり20,000個以下、アセトン溶 出物量が340mg/kg以下、かつ、吸水量が8m1/g以上であるワイパー。
- 2. 長さ100μm以上の微小異物の脱落量が1平方メートル当たり14,000個以下、アセトン溶出物量が190mg/kg以下、かつ、吸水量が9ml/g以上である請求項1記載のワイパー
- 3. 前記不織布において、連続セルロース長繊維を40wt%以上含有し、該連続セルロース長繊維がキュプラアンモニウムレーヨン繊維である請求項1又は2記載のワイパー。
- 4. 連続セルロース長繊維の含有量が85wt%以上である請求項3記載のワイパー。
- 5.キュプラアンモニウムセルロース溶液を用いて連続的に凝固・再生・洗浄・交絡処理・乾燥・巻き取りを行う湿式セルローススパンボンド法による連続セルロース長繊維不織布製造工程、必要に応じて該不織布と他の不織布を複合させる工程、及び平版状に断裁する工程、更には必要に応じて液体で湿潤させる工程及び/又は滅菌処理を施す工程を含むワイパーの製造方法であって、該交絡処理が、交絡前のウェブ上に開孔率10~47%の緩衝板を被せ、該緩衝板上から全衝撃エネルギー値(F)が0.5×10°~3.0×10°[ジュール・ニュートン/キログラム]のジェット水流により繊維を交絡させる処理であるワイパーの製造方法。

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP03/02063

A. CLASS. Int.	IFICATION OF SUBJECT MATTER C1 B08B1/00, A47L13/16, D04H3	/00, D04H3/10			
According to	o International Patent Classification (IPC) or to both nat	ional classification and IPC			
B. FIELDS	SEARCHED				
Int.	ocumentation searched (classification system followed b C1 <sup>7</sup> B08B1/00, A47L13/16, D04H3	/00, D04H3/10	·		
Jitsu Kokai	ion searched other than minimum documentation to the 1940–1996 Jitsuyo Shinan Koho 1971–1996	Toroku Jitsuyo Shinan Koko Jitsuyo Shinan Toroku Koko	1994–2003 1996–2003		
Electronic de	Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)				
C. DOCU	MENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT				
Category*	Citation of document, with indication, where app	propriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.		
A	JP 2000-110059 A (Toagosei C 18 April, 2000 (18.04.00), Page 2, left column, lines 17 (Family: none)		1-4		
A	JP 11-169401 A (Asahi Chemica 29 June, 1999 (29.06.99), Page 3, right column, lines 1 (Family: none)		3,4		
A	JP 6-280153 A (Asahi Chemica 04 October, 1994 (04.10.94), Page 2, right column, line 37 (Family: none)		3,4		
▼ Furth	er documents are listed in the continuation of Box C.	See patent family annex.			
* Special "A" docum conside "E" earlier date "L" docum cited to special "O" docum means "P" docum than th	* Special categories of cited documents:  "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance earlier document but published on or after the international filing date  "E" document but published on or after the international filing date  "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)  "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means  "O" document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art document member of the same patent family				
27 M	actual completion of the international search day, 2003 (27.05.03)	Date of mailing of the international sear 17 June, 2003 (17.0			
	nailing address of the ISA/ anese Patent Office	Authorized officer			
Facsimile N		Telephone No.			

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No. PCT/JP03/02063

tegory*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No
A	JP 9-176945 A (Kuraray Co., Ltd.),	5
	08 July, 1997 (08.07.97), Page 3, left column, line 41 to right column, line 4 (Family: none)	
	(ramily: none)	
	·	
	·	
		·

#### 国際調査報告

国際出願番号 PCT/JP03/02063

## A. 発明の属する分野の分類(国際特許分類(IPC))

Int. Cl B08B1/00 A47L13/16 D04H3/00 D04H3/10

#### B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料(国際特許分類(IPC))

Int. Cl' B08B1/00 A47L13/16 D04H3/00 D04H3/10

#### 最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報

1940年-1996年

日本国公開実用新案公報

1971年-1996年

日本国登録実用新案公報

1994年-2003年

日本国実用新案登録公報

1996年-2003年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

C. 関連する	らと認められる文献	
引用文献の		関連する 請求の範囲の番号
カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	明水の郵田の番方
A	JP 2000-110059 A (東亞合成株式会社) 200 0.04.18,第2頁,左欄,第17-23行(ファミリーな し)	1-4
A	JP 11-169401 A (旭化成工業株式会社) 1999. 06.29,第3頁,右欄,第15-16行(ファミリーなし)	3, 4
A	JP 6-280153 A (旭化成工業株式会社) 1994. 1 0.04, 第2頁, 右欄, 第37行 (ファミリーなし)	3, 4

#### 区欄の続きにも文献が列挙されている。

□ パテントファミリーに関する別紙を参照。

#### \* 引用文献のカテゴリー

- 「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示す もの
- 「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日 以後に公表されたもの
- 「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行 日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する 文献(理由を付す)
- 「O」ロ頭による開示、使用、展示等に言及する文献
- 「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

#### の日の後に公表された文献

- 「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって 出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論 の理解のために引用するもの
- 「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明 の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
- 「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以 上の文献との、当業者にとって自明である組合せに よって進歩性がないと考えられるもの
- 「&」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日 27.05.03	国際調査報告の発送日 17.06.03
国際調査機関の名称及びあて先 日本国特許庁(ISA/JP) 郵便番号100-8915 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号	特許庁審査官(権限のある職員) 栗山卓也・印 電話番号 03-3581-1101 内線 3332



国際出願番号 PCT/JP03/02063

C(続き).	関連すると認められる文献	
引用文献のカテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
A	JP 9-176945 A (株式会社クラレ) 1997.07.08,第3頁,左欄第41行-右欄第4行(ファミリーなし)	5
		·